

PCT

REQUEST

The undersigned requests that the present international application be processed according to the Patent Cooperation Treaty.

For receiving Office use only

International Application No.

International Filing Date

Name of receiving Office and "PCT International Application"

Applicant's or agent's file reference

(if desired) (12 characters maximum) G-18 (KYOKA)

Box No. I TITLE OF INVENTION

DOPE FOR POLYURETHANE OR AROMATIC POLYAMIDE ARTICLE, AND USE OF HYDROTALCITE COMPOUND PARTICLES THEREIN

Box No. II APPLICANT

Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)

KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.

305, Yashimanishimachi, Takamatsu-shi,
Kagawa-ken 761-0113 JAPAN

☐ This person is also inventor.

Telephone No.

Facsimile No.

Teleprinter No.

State (that is, country) of nationality:

JAPAN

State (that is, country) of residence:

JAPAN

This person is applicant for the purposes of:

☐ all designated States

☒ all designated States except the United States of America

☐ the United States of America only

☐ the States indicated in the Supplemental Box

Box No. III FURTHER APPLICANT(S) AND/OR (FURTHER) INVENTOR(S)

Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)

OKADA Akira

c/o KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.,
RESEARCH AND DEVELOPMENT DEPARTMENT,
4285, Hayashida-cho, Sakaide-shi, Kagawa-ken 762-0012
JAPAN

This person is:

☐ applicant only

☒ applicant and inventor

☐ inventor only (If this check-box is marked, do not fill in below.)

State (that is, country) of nationality:

JAPAN

State (that is, country) of residence:

JAPAN

This person is applicant for the purposes of:

☐ all designated States

☐ all designated States except the United States of America

☒ the United States of America only

☐ the States indicated in the Supplemental Box

☒ Further applicants and/or (further) inventors are indicated on a continuation sheet.

Box No. IV AGENT OR COMMON REPRESENTATIVE; OR ADDRESS FOR CORRESPONDENCE

The person identified below is hereby/has been appointed to act on behalf of the applicant(s) before the competent International Authorities as:

☒ agent

☐ common representative

Name and address: (Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country.)

OHSIMA Masataka

OHSIMA PATENT OFFICE, Fukuya Bldg.,
3, Yotsuya 4-chome, Shinjuku-ku,
TOKYO 160-0004 JAPAN

Telephone No.

03-3356-7565

Facsimile No.

03-3356-8826

Teleprinter No.

☐ Address for correspondence: Mark this check-box where no agent or common representative is/has been appointed and the space above is used instead to indicate a special address to which correspondence should be sent.

Continuation of Box No. III FURTHER APPLICANT(S) AND/OR (FURTHER) INVENTOR(S)	
<i>If none of the following sub-boxes is used, this sheet should not be included in the request.</i>	
Name and address: <i>(Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)</i> SHIMIZU Koji c/o KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD., RESEARCH AND DEVELOPMENT DEPARTMENT, 4285, Hayashida-cho, Sakaide-shi, Kagawa-ken 762-0012 JAPAN	This person is: <input type="checkbox"/> applicant only <input checked="" type="checkbox"/> applicant and inventor <input type="checkbox"/> inventor only <i>(If this check-box is marked, do not fill in below.)</i>
State <i>(that is, country)</i> of nationality: JAPAN	State <i>(that is, country)</i> of residence: JAPAN
This person is applicant for the purposes of: <input type="checkbox"/> all designated States <input type="checkbox"/> all designated States except the United States of America <input checked="" type="checkbox"/> the United States of America only <input type="checkbox"/> the States indicated in the Supplemental Box	
Name and address: <i>(Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)</i>	This person is: <input type="checkbox"/> applicant only <input type="checkbox"/> applicant and inventor <input type="checkbox"/> inventor only <i>(If this check-box is marked, do not fill in below.)</i>
State <i>(that is, country)</i> of nationality:	State <i>(that is, country)</i> of residence:
This person is applicant for the purposes of: <input type="checkbox"/> all designated States <input type="checkbox"/> all designated States except the United States of America <input type="checkbox"/> the United States of America only <input type="checkbox"/> the States indicated in the Supplemental Box	
Name and address: <i>(Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)</i>	This person is: <input type="checkbox"/> applicant only <input type="checkbox"/> applicant and inventor <input type="checkbox"/> inventor only <i>(If this check-box is marked, do not fill in below.)</i>
State <i>(that is, country)</i> of nationality:	State <i>(that is, country)</i> of residence:
This person is applicant for the purposes of: <input type="checkbox"/> all designated States <input type="checkbox"/> all designated States except the United States of America <input type="checkbox"/> the United States of America only <input type="checkbox"/> the States indicated in the Supplemental Box	
Name and address: <i>(Family name followed by given name; for a legal entity, full official designation. The address must include postal code and name of country. The country of the address indicated in this Box is the applicant's State (that is, country) of residence if no State of residence is indicated below.)</i>	This person is: <input type="checkbox"/> applicant only <input type="checkbox"/> applicant and inventor <input type="checkbox"/> inventor only <i>(If this check-box is marked, do not fill in below.)</i>
State <i>(that is, country)</i> of nationality:	State <i>(that is, country)</i> of residence:
This person is applicant for the purposes of: <input type="checkbox"/> all designated States <input type="checkbox"/> all designated States except the United States of America <input type="checkbox"/> the United States of America only <input type="checkbox"/> the States indicated in the Supplemental Box	
<input type="checkbox"/> Further applicants and/or (further) inventors are indicated on another continuation sheet.	

Box No. V DESIGNATION OF STATES

The following designations are hereby made under Rule 4.9(a) (mark the applicable check-boxes; at least one must be marked):

Regional Patent

- ☐ **AP ARIPO Patent:** GH Ghana, GM Gambia, KE Kenya, LS Lesotho, MW Malawi, SD Sudan, SL Sierra Leone, SZ Swaziland, TZ United Republic of Tanzania, UG Uganda, ZW Zimbabwe, and any other State which is a Contracting State of the Harare Protocol and of the PCT
- ☐ **EA Eurasian Patent:** AM Armenia, AZ Azerbaijan, BY Belarus, KG Kyrgyzstan, KZ Kazakhstan, MD Republic of Moldova, RU Russian Federation, TJ Tajikistan, TM Turkmenistan, and any other State which is a Contracting State of the Eurasian Patent Convention and of the PCT
- ☒ **EP European Patent:** AT Austria, BE Belgium, CH and LI Switzerland and Liechtenstein, CY Cyprus, DE Germany, DK Denmark, ES Spain, FI Finland, FR France, GB United Kingdom, GR Greece, IE Ireland, IT Italy, LU Luxembourg, MC Monaco, NL Netherlands, PT Portugal, SE Sweden, and any other State which is a Contracting State of the European Patent Convention and of the PCT
- ☐ **OA OAPI Patent:** BF Burkina Faso, BJ Benin, CF Central African Republic, CG Congo, CI Côte d'Ivoire, CM Cameroon, GA Gabon, GN Guinea, GW Guinea-Bissau, ML Mali, MR Mauritania, NE Niger, SN Senegal, TD Chad, TG Togo, and any other State which is a member State of OAPI and a Contracting State of the PCT (if other kind of protection or treatment desired, specify on dotted line)

National Patent (if other kind of protection or treatment desired, specify on dotted line):

- | | |
|---|---|
| <input type="checkbox"/> AE United Arab Emirates | <input type="checkbox"/> LR Liberia |
| <input type="checkbox"/> AL Albania | <input type="checkbox"/> LS Lesotho |
| <input type="checkbox"/> AM Armenia | <input type="checkbox"/> LT Lithuania |
| <input type="checkbox"/> AT Austria | <input type="checkbox"/> LU Luxembourg |
| <input type="checkbox"/> AU Australia | <input type="checkbox"/> LV Latvia |
| <input type="checkbox"/> AZ Azerbaijan | <input type="checkbox"/> MA Morocco |
| <input type="checkbox"/> BA Bosnia and Herzegovina | <input type="checkbox"/> MD Republic of Moldova |
| <input type="checkbox"/> BB Barbados | <input type="checkbox"/> MG Madagascar |
| <input type="checkbox"/> BG Bulgaria | <input type="checkbox"/> MK The former Yugoslav Republic of Macedonia |
| <input type="checkbox"/> BR Brazil | |
| <input type="checkbox"/> BY Belarus | <input type="checkbox"/> MN Mongolia |
| <input checked="" type="checkbox"/> CA Canada | <input type="checkbox"/> MW Malawi |
| <input type="checkbox"/> CH and LI Switzerland and Liechtenstein | <input type="checkbox"/> MX Mexico |
| <input type="checkbox"/> CN China | <input type="checkbox"/> NO Norway |
| <input type="checkbox"/> CR Costa Rica | <input type="checkbox"/> NZ New Zealand |
| <input type="checkbox"/> CU Cuba | <input type="checkbox"/> PL Poland |
| <input type="checkbox"/> CZ Czech Republic | <input type="checkbox"/> PT Portugal |
| <input type="checkbox"/> DE Germany | <input type="checkbox"/> RO Romania |
| <input type="checkbox"/> DK Denmark | <input type="checkbox"/> RU Russian Federation |
| <input type="checkbox"/> DM Dominica | <input type="checkbox"/> SD Sudan |
| <input type="checkbox"/> EE Estonia | <input type="checkbox"/> SE Sweden |
| <input type="checkbox"/> ES Spain | <input type="checkbox"/> SG Singapore |
| <input type="checkbox"/> FI Finland | <input type="checkbox"/> SI Slovenia |
| <input type="checkbox"/> GB United Kingdom | <input type="checkbox"/> SK Slovakia |
| <input type="checkbox"/> GD Grenada | <input type="checkbox"/> SL Sierra Leone |
| <input type="checkbox"/> GE Georgia | <input type="checkbox"/> TJ Tajikistan |
| <input type="checkbox"/> GH Ghana | <input type="checkbox"/> TM Turkmenistan |
| <input type="checkbox"/> GM Gambia | <input type="checkbox"/> TR Turkey |
| <input type="checkbox"/> HR Croatia | <input type="checkbox"/> TT Trinidad and Tobago |
| <input type="checkbox"/> HU Hungary | <input type="checkbox"/> TZ United Republic of Tanzania |
| <input type="checkbox"/> ID Indonesia | <input type="checkbox"/> UA Ukraine |
| <input type="checkbox"/> IL Israel | <input type="checkbox"/> UG Uganda |
| <input type="checkbox"/> IN India | <input checked="" type="checkbox"/> US United States of America |
| <input type="checkbox"/> IS Iceland | |
| <input type="checkbox"/> JP Japan | <input type="checkbox"/> UZ Uzbekistan |
| <input type="checkbox"/> KE Kenya | <input type="checkbox"/> VN Viet Nam |
| <input type="checkbox"/> KG Kyrgyzstan | <input type="checkbox"/> YU Yugoslavia |
| <input type="checkbox"/> KP Democratic People's Republic of Korea | <input type="checkbox"/> ZA South Africa |
| <input checked="" type="checkbox"/> KR Republic of Korea | <input type="checkbox"/> ZW Zimbabwe |
| <input type="checkbox"/> KZ Kazakhstan | |
| <input type="checkbox"/> LC Saint Lucia | |
| <input type="checkbox"/> LK Sri Lanka | |

Check-boxes reserved for designating States which have become party to the PCT after issuance of this sheet:

Precautionary Designation Statement: In addition to the designations made above, the applicant also makes under Rule 4.9(b) all other designations which would be permitted under the PCT except any designation(s) indicated in the Supplemental Box as being excluded from the scope of this statement. The applicant declares that those additional designations are subject to confirmation and that any designation which is not confirmed before the expiration of 15 months from the priority date is to be regarded as withdrawn by the applicant at the expiration of that time limit. (Confirmation (including fees) must reach the receiving Office within the 15-month time limit.)

Box No. VI PRIORITY CLAIM		<input type="checkbox"/> Further priority claims are indicated in the Supplemental Box.		
Filing date of earlier application (day/month/year)	Number of earlier application	Where earlier application is:		
		national application: country	regional application: * regional Office	international application: receiving Office
item (1) 24.07.00	Patent Application No.2000-221762	Japan		
item (2)				
item (3)				
<input checked="" type="checkbox"/> The receiving Office is requested to prepare and transmit to the International Bureau a certified copy of the earlier application(s) (only if the earlier application was filed with the Office which for the purposes of the present international application is the receiving Office) identified above as item(s): (1)				
<small>* Where the earlier application is an ARIPO application, it is mandatory to indicate in the Supplemental Box at least one country party to the Paris Convention for the Protection of Industrial Property for which that earlier application was filed (Rule 4.10(b)(ii)). See Supplemental Box.</small>				
Box No. VII INTERNATIONAL SEARCHING AUTHORITY				
Choice of International Searching Authority (ISA) <small>(if two or more International Searching Authorities are competent to carry out the international search, indicate the Authority chosen; the two-letter code may be used):</small>		Request to use results of earlier search; reference to that search (if an earlier search has been carried out by or requested from the International Searching Authority): Date (day/month/year) Number Country (or regional Office)		
ISA / JP				
Box No. VIII CHECK LIST; LANGUAGE OF FILING				
This international application contains the following number of sheets: request : 4 description (excluding sequence listing part) : 15 claims : 5 abstract : 1 drawings : 0 sequence listing part of description : 0 Total number of sheets : 25		This international application is accompanied by the item(s) marked below: 1. <input checked="" type="checkbox"/> fee calculation sheet 2. <input checked="" type="checkbox"/> separate signed power of attorney 3. <input type="checkbox"/> copy of general power of attorney; reference number, if any: 4. <input type="checkbox"/> statement explaining lack of signature 5. <input type="checkbox"/> priority document(s) identified in Box No. VI as item(s): 6. <input type="checkbox"/> translation of international application into (language): 7. <input type="checkbox"/> separate indications concerning deposited microorganism or other biological material 8. <input type="checkbox"/> nucleotide and/or amino acid sequence listing in computer readable form 9. <input type="checkbox"/> other (specify):		
Figure of the drawings which should accompany the abstract:		Language of filing of the international application: Japanese		
Box No. IX SIGNATURE OF APPLICANT OR AGENT				
Next to each signature, indicate the name of the person signing and the capacity in which the person signs (if such capacity is not obvious from reading the request).				
OHSHIMA Masataka				

For receiving Office use only	
1. Date of actual receipt of the purported international application: 3. Corrected date of actual receipt due to later but timely received papers or drawings completing the purported international application: 4. Date of timely receipt of the required corrections under PCT Article 11(2): 5. International Searching Authority (if two or more are competent): ISA / JP	2. Drawings: <input type="checkbox"/> received: <input type="checkbox"/> not received: 6. <input type="checkbox"/> Transmittal of search copy delayed until search fee is paid.

For International Bureau use only
Date of receipt of the record copy by the International Bureau:

PCT

NOTICE INFORMING THE APPLICANT OF THE COMMUNICATION OF THE INTERNATIONAL APPLICATION TO THE DESIGNATED OFFICES

(PCT Rule 47.1(c), first sentence)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

OHSHIMA, Masataka
Ohshima Patent Office
Fukuya Building
3, Yotsuya 4-chome
Shinjuku-ku
Tokyo 160-0004
JAPON

Date of mailing (day/month/year)

31 January 2002 (31.01.02)

Applicant's or agent's file reference

G-18 (KYOKA)

IMPORTANT NOTICE

International application No.

PCT/JP01/06335

International filing date (day/month/year)

23 July 2001 (23.07.01)

Priority date (day/month/year)

24 July 2000 (24.07.00)

Applicant

KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. et al

1. Notice is hereby given that the International Bureau has **communicated**, as provided in Article 20, the international application to the following designated Offices on the date indicated above as the date of mailing of this notice:

KR,US

In accordance with Rule 47.1(c), third sentence, those Offices will accept the present notice as conclusive evidence that the communication of the international application has duly taken place on the date of mailing indicated above and no copy of the international application is required to be furnished by the applicant to the designated Office(s).

2. The following designated Offices have waived the requirement for such a communication at this time:

CA,EP

The communication will be made to those Offices only upon their request. Furthermore, those Offices do not require the applicant to furnish a copy of the international application (Rule 49.1(a-bis)).

3. Enclosed with this notice is a copy of the international application as published by the International Bureau on

31 January 2002 (31.01.02) under No. WO 02/08123

REMINDER REGARDING CHAPTER II (Article 31(2)(a) and Rule 54.2)

If the applicant wishes to postpone entry into the national phase until 30 months (or later in some Offices) from the priority date, a **demand for international preliminary examination** must be filed with the competent International Preliminary Examining Authority before the expiration of 19 months from the priority date.

It is the applicant's sole responsibility to monitor the 19-month time limit.

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination (at present, all PCT Contracting States are bound by Chapter II).

REMINDER REGARDING ENTRY INTO THE NATIONAL PHASE (Article 22 or 39(1))

If the applicant wishes to proceed with the international application in the **national phase**, he must, within 20 months or 30 months, or later in some Offices, perform the acts referred to therein before each designated or elected Office.

For further important information on the time limits and acts to be performed for entering the national phase, see the Annex to Form PCT/IB/301 (Notification of Receipt of Record Copy) and the PCT Applicant's Guide, Volume II.

The International Bureau of WIPO
34, chemin des Colombettes
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No. (41-22) 740.14.35

Authorized officer

J. Zahra

Telephone No. (41-22) 338.91.11

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2002 年 1 月 31 日 (31.01.2002)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 02/08123 A1

- (51) 国際特許分類: C01F 7/00, C08L 75/04, C08K 3/26, C08L 77/00, D01F 6/94, 6/90 CO., LTD.) [JP/JP]; 〒761-0113 香川県高松市屋島西町 305 Kagawa (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP01/06335 (72) 発明者; および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 岡田 彰 (OKADA, Akira) [JP/JP]. 清水晃治 (SHIMIZU, Koji) [JP/JP]; 〒762-0012 香川県坂出市林田町4285 協和化学工業株式会社 研究開発部内 Kagawa (JP).
- (22) 国際出願日: 2001 年 7 月 23 日 (23.07.2001)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語 (74) 代理人: 大島正孝 (OHSHIMA, Masataka); 〒160-0004 東京都新宿区四谷四丁目3番地 福屋ビル 大島特許事務所 Tokyo (JP).
- (30) 優先権データ: 特願2000-221762 2000 年 7 月 24 日 (24.07.2000) JP (81) 指定国 (国内): CA, KR, US.
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 協和化学工業株式会社 (KYOWA CHEMICAL INDUSTRY (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).

/続業有/

(54) Title: LIQUID RAW MATERIAL FOR PRODUCING FORMED POLYURETHANE OR AROMATIC POLYAMIDE AND USE OF HYDROTALCITE COMPOUND PARTICLES THEREFOR

(54) 発明の名称: ポリウレタンまたは芳香族ポリアミド成形用原液およびそのためのハイドロタルサイト化合物粒子の利用

(57) Abstract: A dispersion liquid which comprises an organic polar solvent and hydrotalcite compound particles having: (1) an average secondary particle diameter of 0.1 to 3 μ m as measured by the laser light diffraction scattering method, (2) a specific surface area of 0.5 to 10 m^2/g as measured by the BET method, and (3) hydrotalcite compound particles having crystal grains of a plate form; and a liquid raw material for producing a formed polyurethane or aromatic polyamide which comprises the dispersion liquid. The hydrotalcite compound particles are excellent in the affinity to and the dispersibility in an organic polar solvent, and the liquid raw material for producing a formed polyurethane or aromatic polyamide contains the hydrotalcite compound particles being uniformly dispersed therein.

(57) 要約:

(1) レーザ光回折散乱法により測定した平均二次粒子径が 0.1 ~ 3 μm であり、

(2) BET法により測定した比表面積が 0.5 ~ 10 m^2/g であり、かつ

(3) 板状の結晶粒子形状を有するハイドロタルサイト化合物粒子と有機極性溶媒よりなる分散液、およびポリウレタンまたは芳香族ポリアミド成形用原液。

有機極性溶媒に対し親和性および分散性の優れたハイドロタルサイト化合物粒子を提供し、この粒子が均一に分散配合されたポリウレタンまたは芳香族ポリアミド成形用原液を提供することができた。

WO 02/08123 A1

明 細 書

ポリウレタンまたは芳香族ポリアミド成形用原液
およびそのためのハイドロタルサイト化合物粒子の利用

5

発明の詳細な説明

発明の属する技術分野

本発明は、耐塩素性および耐熱劣化性に優れたポリウレタンまたは芳香族ポリアミドより形成された成形品およびそのための成形用原液に関する。さらに詳しくは特定の形状のハイドロタルサイト化合物粒子を含有したポリウレタンまたは芳香族ポリアミドより形成された成形品およびそのための成形用原液に関する。また本発明は、前記成形用原液に配合されるハイドロタルサイト化合物粒子自体にも関する。

ハイドロタルサイト化合物粒子は、そのアニオン交換能による素速いハロゲン捕捉剤として、または酸中和剤として、ポリウレタン、ポリ塩化ビニル（PVC）、ポリオレフィンおよびポリアミド等の樹脂またはゴム（エラストマー）に広く使用されている。

しかしながら、最近の社会的要求特性の増大とともに、樹脂に対する塩素、熱や光等に対する優れた安定性が厳しく要求されるようになってきた。そのため樹脂に添加する各種配合剤の耐塩素性、耐熱、耐光等の優れた安定性が必要となり、安定剤としてのハイドロタルサイト化合物粒子は配合量が少ないにもかかわらず、なお解決すべき問題があることが判明してきた。

例えば、ポリウレタン弾性繊維では、その高度のゴム弾性、優れた回復性を有した引張応力等の機械的物性にも優れているため機能性衣料に広く使用されている。また、洗濯時の塩素漂白や塩素殺菌処理したプール水により、物性の低下、変色等が起こることも知られている。この塩素による劣化を防ぐために耐塩素剤として酸化亜鉛を使用する方法（特開昭57-29609号公報、特願昭56-93119号公報）が主に用いられているが、酸化亜鉛は染色工程での酸性条件

下で溶出し易いという欠点がある。

この欠点を低減するため、ハイドロタルサイト化合物粒子を用いる方法が提案されている（特開昭59-133248号公報）。しかしながら、ハイドロタルサイト化合物粒子は耐塩素剤としての効果はあるが、ポリウレタンの重合および
5 紡糸に用いられるジメチルホルムアミド（DMF）、ジメチルアセトアミド（DMAC）、等の有機極性溶剤への親和性に乏しく、分散性が悪いため、多くの改善提案がなされている。

例えば特開平3-292364号公報では高級脂肪酸および／またはシランカップリング剤で表面処理された平均粒子径が1 μ m以下のハイドロタルサイト化合物粒子を、また特開平5-78569号公報では炭素数10～30の脂肪酸で
10 表面処理されたハイドロタルサイト化合物粒子を用いることがそれぞれ提案されている。特開平10-168657号公報および特開平10-168662号公報では、ビーズミルによる粉碎（または磨砕）工程を経て微細化されたハイドロタルサイト化合物粒子および／または塩基性金属アルミニウムヒドロキシ化合物
15 粒子をアニオン性界面活性剤、脂肪酸、シラン、ポリ有機シロキサン、ポリ有機水素シロキサン等の表面処理剤で被覆してまたは被覆しないで用いることが提案されている。

ポリウレタン繊維の耐塩素剤として高級脂肪酸で表面処理されたハイドロタルサイト化合物粒子が使用されているが、ポリウレタンの重合や紡糸に用いられる
20 ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジメチルスルフォキシド等の有機極性溶剤は、ハイドロタルサイト化合物粒子との相容性に乏しく、使用に際しては該有機溶媒中で長時間湿式粉碎を実施して微粒子化および分散を計っている。それでもスクリーン・メッシュ通過性の問題は完全に解決されておらず、耐塩素劣化剤としてポリウレタン繊維のほんの一部のグレードに使用されているに
25 すぎない。

また湿式粉碎により、ハイドロタルサイト化合物粒子の結晶表面の一部は破壊され、結晶欠陥となりこれが新たな活性点となり、酸化防止剤等の他有機添加剤との相互作用により、発色の原因となったり、この結晶欠陥により溶解度が高く

なり染色後のタンニン液処理において変色が強くなったりすることもある。

さらに結晶欠陥同士が相補う形でハイドロタルサイト化合物粒子の凝集が進行し、スクリーン・メッシュ通過性不良の問題を発生したり、また欠陥は付着水の吸着サイトとなるため水分吸着による膨潤等の問題を引き起こすこともある。

- 5 また芳香族ポリアミドフィルムもしくは繊維は、その非常に優れた強度、剛性により、産業用補強材、防弾チョッキ等に加工されているが、これらにもポリウレタン同様、耐塩素性、耐熱劣化性が要求されている。

- これらの問題を解決するため、研究を進めたところ、ハイドロタルサイト化合物粒子の形状、粒子径、比表面積が相互に分散性、耐熱劣化、耐塩素および物性
10 等に影響を与えることが判明し、これらを特定の値とすることによって、優れた耐熱劣化性、耐塩素劣化性、加工性、耐変色、耐退色、環境負荷の軽減を有する高分散性安定剤となりうることがわかった。

発明が解決しようとする課題

- 15 本発明の主たる目的は湿式粉碎処理する必要がなく有機極性溶媒中でも容易に分散できるハイドロタルサイト化合物粒子を提供することであり、各種ポリマー等に安定剤として添加する際、まず有機極性溶剤に分散させた後、混合する方式を採る場合に特に好適であり、とりわけ、ポリウレタン繊維への塩素劣化防止剤として用いる場合、有機極性溶剤中への分散液の調製が容易であり、また、製造
20 工程において着色、変色、メッシュ詰まり等の問題を起こさないハイドロタルサイト化合物粒子を提供することにある。

さらに本発明の目的は、安定剤として樹脂、色素等に配合した場合、樹脂の物性低下、成形品および加工品の熱劣化、塩素劣化等をおこさない樹脂組成物およびその成形品、加工品等を提供することにある。

25

課題を解決するための手段

ハイドロタルサイト化合物粒子をポリウレタンの耐塩素剤として用いた場合に発生する問題点の多くは、該化合物粒子がDMF、DMAC等の有機極性溶媒に

対する相溶性に乏しく分散性が悪いと言う点に源を発しており、これを補うため長時間の湿式粉碎処理を行った結果さらに問題点が増大することになる。従って湿式粉碎処理をしなくても通常の攪拌のみで容易に有機極性溶媒中に分散するハイドロタルサイト化合物粒子、またはたとえ湿式粉碎しても結晶表面が何ら変化

5 しない堅固な結晶構造をもったハイドロタルサイト化合物粒子を、鋭意研究した結果本発明到達した。

すなわち、ハイドロタルサイト化合物粒子が分散性に優れかつ耐塩素劣化等に顕著な作用を発現するのは、その粒子径、比表面積および形状が影響していること、従って樹脂に配合して高分散性で極めて塩素劣化の少ない組成物を得るため

10 のハイドロタルサイト化合物粒子は、特定の条件を満足する形状でなければならないことが判明した。

本発明によれば、

(A) (1) レーザ光回折散乱法により測定した平均二次粒子径が $0.60 \sim 3 \mu\text{m}$ であり、

15 (2) BET法により測定した比表面積が $0.5 \sim 10 \text{m}^2/\text{g}$ であり、かつ

(3) 結晶粒子形状が板状である

ハイドロタルサイト化合物粒子 および

(B) 有機極性溶媒

よりなる分散液が提供される。

20 また、本発明によれば、

(A) (1) レーザ光回折散乱法により測定した平均二次粒子径が $0.60 \sim 3 \mu\text{m}$ であり、

(2) BET法により測定した比表面積が $0.5 \sim 10 \text{m}^2/\text{g}$ であり、かつ

(3) 結晶粒子形状が板状である

25 ハイドロタルサイト化合物粒子

(B) 有機極性溶媒 および

(C) ポリウレタンまたは芳香族ポリアミド

よりなる乾式もしくは湿式成形用原液が提供される。

さらに本発明によれば、前記成形用原液を乾式もしくは湿式成形して得られたポリウレタン繊維、芳香族ポリアミド繊維もしくは芳香族ポリアミドフィルムが提供される。

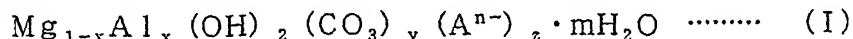
以下、本発明についてさらに詳細に説明する。

- 5 本発明に使用されるハイドロタルサイト化合物粒子は、レーザ光回折散乱法による粒度分布測定より得られた平均二次粒子径（MV値）が $0.60 \sim 3 \mu\text{m}$ で、好ましくは $0.8 \sim 2 \mu\text{m}$ であり、より好ましくは $1.0 \sim 1.5 \mu\text{m}$ である。平均粒子径が大きいほど有機極性溶媒中への分散性は良好となり、また粘度も低くなり使い易くなる。しかしながら、繊維やフィルム用途に使用するには平均粒
- 10 子径は大きくとも $3 \mu\text{m}$ が望ましい。範囲下限の $0.6 \mu\text{m}$ 未満では凝集し易くなり、有機極性溶媒中での粘度も高くなり、使い勝手が悪くなる。また必要に応じて湿式粉碎処理した場合、着色する傾向も大きくなる。

- またBET法で測定した比表面積は $0.5 \sim 10 \text{m}^2/\text{g}$ で、好ましくは $1 \sim 7 \text{m}^2/\text{g}$ である。比表面積が小さいほど溶媒との接触面積が小さくなり、両者間
- 15 の相互作用が小さくなるため、分散性も良好となるものと考えられる。比表面積が $10 \text{m}^2/\text{g}$ を超えると凝集し易くなり、一方 $0.5 \text{m}^2/\text{g}$ より小さくなると化学的活性が低くなり過ぎるために耐塩素性質が劣化する。また、塩素劣化防止の点からは $1 \sim 7 \text{m}^2/\text{g}$ 以上が望ましい。

- 結晶粒子形状としては分散液の粘度を低く保ち、メッシュ通過性が良く、湿式
- 20 粉碎時に壊れにくいものが望ましく、そのため板状を有するものが使用され、好ましくは平均アスペクト比（長径／厚み）が $1.7 \sim 8$ 、特に好ましくは $2 \sim 6$ の板状の結晶粒子形状を有するハイドロタルサイト化合物粒子が好ましい。

本発明のハイドロタルサイト化合物粒子は一般化学式（I）で示され、



- 25 式中、 x は $0.1 < x < 0.45$ 、好ましくは $0.2 < x < 0.45$ 、 y および z は $0.9x \leq (2y + nz) < 1.5x$ を満足する。 m は $0 \leq m < 1$ を満足する。 A^{n-} は CO_3^{2-} 以外の n 価のアニオンを示し、そのアニオンとしては、 NO_3^- 、 Cl^- 、 OH^- 、 SO_4^{2-} 、 SO_3^{2-} 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、 HPO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 、 HPO_3

$^{2-}$ 、 PO_3^{3-} 、 PO_2^- 、 H_2BO_3^- 、 SiO_3^{2-} 、 HSi_2O_5^- 、 $\text{Si}_2\text{O}_5^{2-}$ または有機酸イオンが好ましく挙げられる。

本発明における前記ハイドロタルサイト化合物粒子は前記(1)～(3)の条件を満足する限り、その調製法は特に制限を受けない。調製法としては、例えば

5 下記がある。

特公昭46-2280号公報、特公昭47-32198号公報、特公昭50-30039号公報、特公昭48-29477号公報、特公昭51-29129号公報、その他の方法で得られるハイドロタルサイト化合物粒子を、例えば、水性媒体中で加熱処理することにより得ることが出来る。

10 本発明のハイドロタルサイト化合物粒子は、調製後、十分に水洗されていることが望ましい。また有機極性溶剤と相互作用しうる可能性のある、アルカリ金属およびアルカリ土類金属の塩酸塩、臭酸塩、硝酸塩、硫酸塩、炭酸塩、ホウ酸塩、重炭酸塩等の可溶性塩類の含量が十分に少ないことが望ましい。

さらに環境負荷が大きいとされているPb、Hg、CdまたはSnの各含有量
15 は金属として1ppm以下であることが有利である。

本発明のハイドロタルサイト化合物粒子は、比表面積を低く、結晶粒子を大きくしたことで化学的活性が低くなり耐酸性に優れ、染料分子の吸着容量が小さくなり、また湿式粉碎処理にも耐えられる安定な結晶粒子であり、有機極性溶媒に対して極めて分散性に優れている。

20 そのため、本発明のハイドロタルサイト化合物粒子はポリウレタンや芳香族ポリアミドのような有機極性溶媒を使用する乾式または湿式成形に有利に利用できる。すなわち、ポリウレタンや芳香族ポリアミドを有機極性溶媒に溶解した成形用の原液中に、本発明のハイドロタルサイト化合物粒子は極めてよく分散し、しかも安定した分散状態を維持できる。

25 本発明によれば、ハイドロタルサイト化合物粒子が良好に分散した有機極性溶媒分散液を調製することができ、さらにこの分散液を添加したポリウレタンまたは芳香族ポリアミドを溶解した成形用原液から安定した条件でフィルムや繊維を得ることができる。かくして、ハイドロタルサイト化合物粒子がポリマー中に均

質に分散したポリウレタン繊維、芳香族ポリアミドの繊維またはフィルムを得ることができる。

本発明において有機極性溶媒としては、ポリウレタンや芳香族ポリアミドの溶液の調製のために通常使用されているものが使用され、例えばジメチルホルムアミド (DMF)、ジメチルアセトアミド (DMAC)、ジメチルスルフォキシド (DMSO) およびN-メチルピロリドン (NMP) が好ましく挙げられる。

有機極性溶媒中にハイドロタルサイト化合物粒子を分散させた分散液中のハイドロタルサイト化合物粒子の含有量は10～30重量%、好ましくは15～25重量%が望ましい。

- 10 本発明のハイドロタルサイト化合物粒子は、それ自体有機極性溶媒に対して優れた親和性と分散性を有しているが、表面処理剤で表面処理することにより、一層その効果が増大するばかりでなく、ポリウレタンまたは芳香族ポリアミドの成形品中における耐塩素剤としての効果も優れたものとなる。

ハイドロタルサイト化合物粒子の表面処理剤としては、高級脂肪酸類；オルトリン酸とステアリルアルコールとのモノまたはジエステルであってそれらの酸またはアルカリ金属塩等のリン酸部分エステル類；シランカップリング剤（一般式： $Y-Si(OR)_3$ 、Yはアルキル基、ビニル基、アリル基、アミノ基、メタクリル基、メルカプト基、ORはアルコキシ基を表す）；イソプロピルトリイソステアロイルチタネート、イソプロピルトリス（ジオクチルパイロフォスフェート）チタネート、イソプロピルトリ（N-アミノエチル-アミノエチル）チタネート、イソプロピルトリデシルベンゼンスルホンチタネート等のチタネート系カップリング剤類；アセトアルコキシアリミニウムジイソプロピレート等のアルミニウム系カップリング剤類が例示できる。

- 25 これらのうち、高級脂肪酸類、アニオン系界面活性剤、リン酸エステル類およびカップリング剤よりなる群から選ばれる少なくとも1種の表面処理剤が好適である。

前記した表面処理剤を使用して、ハイドロタルサイト化合物粒子の表面コーティング処理をするには、それ自体公知の湿式または乾式により実施できる。例え

ば、湿式法としては、ハイドロタルサイト化合物粒子のスラリーに該表面処理剤を液状またはエマルジョン状に加え、約100℃までの温度で機械的に十分混合すればよい。乾式法としては、ハイドロタルサイト化合物粒子をヘンシェルミキサー等の混合機により、十分攪拌下で表面処理剤を液状、エマルジョン状、固形5 状に加え、加熱または非加熱下に十分混合すればよい。

表面処理をしたハイドロタルサイト化合物粒子は、必要により、例えば水洗、脱水、造粒、乾燥、粉碎または分級等の手段を適宜選択して実施し、最終製品形態とすることが出来る。表面処理剤の添加量はハイドロタルサイト化合物粒子100重量部当り、10量部以下、好ましくは、0.1～5重量部以下であるのが10 望ましい。

本発明ではハイドロタルサイト化合物粒子はその表面をケイ素化合物、ホウ素化合物、アルミニウム化合物からなる群から選ばれた少なくとも1種の化合物により改質することもできる。

表面を被覆して改質することにより、塩基性を低くし、プラス荷電を低くする15 ため、樹脂の着色、変色をおさえることができる。

これら表面改質剤としては、ケイ素化合物、ホウ素化合物またはアルミニウム化合物が例示される。具体的には例えばメタケイ酸ナトリウム、オルトケイ酸ナトリウム、1、2、または3号水ガラス等のケイ酸ナトリウム、ケイ酸リチウム、メタケイ酸カリウム、オルトケイ酸カリウム、四ホウ酸ナトリウム、メタホウ酸20 ナトリウム、オルトアルミン酸ナトリウム、オルトアルミン酸カリウム、オルトアルミン酸ナトリウム、メタアルミン酸カリウム、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム、硫酸アルミニウム、リン酸アルミニウム等を挙げることができる。これらの表面改質剤はハイドロタルサイト化合物粒子100重量部に対し、Si、BまたはAl換算で2重量部以下の範囲で用いられる。このように表面改質され25 たハイドロタルサイト化合物粒子は前記の表面処理剤により、さらに付加的に処理されて、用いられることもできる。

例えばポリウレタン繊維は、その融点がウレタン結合の分解温度を越えており、溶融紡糸による製糸が不可能なため、溶剤中で重合した後にポリウレタン溶液を

加熱気流中に押し出して乾燥する乾式紡糸、凝固浴中に押し出す湿式紡糸等の製造方法がとられる。また芳香族ポリアミド繊維（またはフィルム）の製造の場合も同様の理由によって主として湿式による成形法が援用される。本発明のハイドロタルサイト化合物粒子は、有機極性溶媒に対して親和性、分散性に優れているので、この粒子がポリウレタンまたは芳香族ポリアミド中に均質に分散した成形物（繊維やフィルム）が得られる。かくしてポリウレタンまたは芳香族ポリアミド中においてハイドロタルサイト化合物粒子は耐塩素剤として優れた効果を発現することになる。

かくして本発明によれば（I）（A）ハイドロタルサイト化合物粒子、（B）有機極性溶媒および（C）ポリウレタンよりなる乾式もしくは湿式成形用原液（I）が提供され、また（II）（A）ハイドロタルサイト化合物粒子、（B）有機極性溶媒および（C）芳香族ポリアミドよりなる乾式もしくは湿式成形用原液（II）が提供される。

前記成形用原液（I）において、ハイドロタルサイト化合物の含有量は0.05～5重量%、好ましくは0.1～3重量%が適当であり、ポリウレタンの含有量は10～45重量%、好ましくは20～35重量%が適当である。

一方、前記成形用原液（II）において、ハイドロタルサイト化合物の含有量は0.05～5重量%、好ましくは0.1～3重量%が適当であり、芳香族ポリアミドの含有量は5～40重量%、好ましくは7～30重量%が適当である。

ポリウレタンおよび芳香族ポリアミド中には、通常添加される他の添加剤、例えば、酸化防止剤、光安定剤、紫外線吸収剤、耐ガス安定剤、着色剤、つや消し剤、充填剤等を配合することができる。これらの添加剤は、成形用の原液中に添加される。

本発明のハイドロタルサイト化合物粒子は、最終的にポリウレタンまたは芳香族ポリアミド中に0.1～10重量%、好ましくは0.5～5重量%の範囲で添加される。

本発明においてポリウレタンとは、通常弾性繊維の製造に使用されるものであり、例えば、ジオールがウレタン結合によって連結されたソフトセグメント部分

- と例えば有機ジイソシアネートとジアミンとのポリウレアであるハードセグメント部分からなるセグメント化ポリウレタンと称するものである。例えば、ポリエステルジオール、ポリエーテルジオール、ポリカーボネートジオール、ポリラクトンジオール、またはこれらの混合物、またはこれらの共重合体と有機ジイソシアネートとを反応させて得られた分子量1,000~3,000で両末端にイソシアネート基を有するプレポリマーと、鎖伸長剤である二官能性活性水素化合物例えばエチレンジアミン、プロピレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ペンタメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、ヘプタメチレンジアミン、オクタメチレンジアミン等のジアミン、ヒドラジンヒドラルド、ビスセミカルバジド、
- 5 アミノセミカルバジド等のヒドラジン誘導体、エチレングリコール、1,3プロピレングリコール、1,4-ブタンジオール、ペンタメチレングリコール、ヘプタメチレングリコール等の低分子量グリコール類とを主成分とするポリウレタンである。

- また芳香族ポリアミドとは、メタフェニレンジアミン、パラフェニレンジアミン、3,4'-ジアミノジフェニルエーテルまたは4,4'-ジアミノジフェニルエーテルの如き芳香族ジアミンと、イソフタル酸ジクロライドまたはテレフタル酸ジクロライドの如き芳香族ジカルボン酸クロライドとの反応によって得られたものであり、具体的には、ポリメタフェニレンイソフタラミドまたはその共重合体、ポリパラフェニレンテレフタラミドまたはその共重合体が挙げられる。

20

実施例

次に実施例により本発明を具体的に説明する。

以下の物性および特性は下記方法および手段により測定した。

- (1) 平均二次粒子径：レーザ回折散乱法による粒度分布測定を行い、得られた
- 25 MV値を平均二次粒子径とした。
- (2) アスペクト比（長径／厚さ）：走査型電子顕微鏡JSM-6300型で倍率50000倍に設定し、直立粒子を探し、その厚さと径を実測する。ここでアスペクト比は長径／厚さとする。

(3) BET比表面積：液体窒素温度での窒素吸着量を測定しBET法により比表面積を求めた。

(4) DMAC溶液粘度：DMAC（ジメチルアセトアミド）溶剤にハイドロタルサイト化合物粒子試料を投入後、ホモミキサーで1時間攪拌して13重量%D
5 MAC懸濁液を作成し、25℃にてB型粘度計を用いて粘度測定を行った。

(5) 最終沈降容積率：粘度測定後、各試料のDMAC懸濁液をメスシリンダーに移して約一ヶ月間静置して沈降容積を測定し、もとの懸濁液容積に対するパーセントで表した。位相差法光学顕微鏡による観察結果より、DMAC懸濁液の沈
降容積の小さいものは分散性に優れており、逆に沈降容積が大きいものは分散性
10 が悪いことが確認されているので、沈降容積にて分散性の程度を表現した。最終沈降容積率が小さいほど、分散性に優れていることを示す。

(6) pH-STATによる酸反応性の測定：50ml容のビーカーに純水50
mlを入れ恒温槽に置き、37.5℃とした。該ビーカー中にpHメーター電極
および1N-HCl滴定液の注加シリンジをセットした後、攪拌下で試料500
15 mgを投入し、設定pH2.0にて1N-HClの消費量を時間に対して記録し
た。試料の25モル%に相当する1N-HCl量（4.25ml）を消費するの
に要した時間T25を測定した。T25値が小さいほど、酸との反応性が高く、
また大きいほど反応性が低いことを示す。

(7) SO₄含量：比色法

20 (8) Cl含量：吸光光度法

(9) SiO₂含量：重量法

次に、本発明を実施例によりさらに詳しく説明する。

実施例1～10および比較例1～3

平均二次粒子径およびBET比表面積が異なる各種ハイドロタルサイト化合物
25 粒子試料について物性測定、化学分析および各テストを行い、それらの結果を表
1に示した。

表 1

	比較例			実施例									
	比較例 1	比較例 2	比較例 3	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10
No.													
平均粒子径(μm)	0.56	0.55	0.65	0.79	0.89	0.9	0.9	1.07	0.72	1.01	1	0.85	1.36
BET比表面積(m ² /g)	11.2	14.8	12.5	9	7	7.7	10	6.1	9.3	7.8	10	9.8	9
X	0.317	0.317	0.323	0.328	0.325	0.325	0.325	0.325	0.262	0.316	0.316	0.332	0.196
SO ₄ (ppm)	20	259	1140	250	110	75	88	80	290	150	70	500	300
Cl(ppm)	13	10	40	32	30	29	15	30	40	60	50	40	70
SiO ₂ (%)											1	18.1	14.6
アスベクト比(長径/厚さ)	8.5	9	8.1	3.4	3.9	4.5	4.3	5	7	6.1	5.9	3	5
pHSTAT T25(分)	12.4	8	9	28.6	29.8	25.6	8.5	29	21	25.1	23	27	20
DMAC溶液粘度(CPS)	1090	668	55	7	7	7.3	5.9	5	7.5	7.3	17	26	32
最終沈降容積率(%)	95	90	70	22	18	20	16	15	21	22	24	25	27

実施例 4：実施例 3 のハイドロタルサイト化合物粒子を脱結晶水処理したもの
 実施例 8：実施例 7 のハイドロタルサイト化合物粒子を 3 号ガラスで表面改質したもの
 実施例 9：一般化学式 (I) において A^{n-} として $\text{HSi}_2\text{O}_6^{2-}$ を含むもの
 実施例 10：同上

実施例 1 1

- 300ml のビーカーに実施例 2 のハイドロタルサイト化合物粒子 30.75g を秤り取り DMAC 236.5g を加えてホモミキサーにて 5,500~6,000rpm で 1 時間分散させてハイドロタルサイト化合物粒子分散液 [A] を
- 5 作成した。

30 重量部のポリウレタンを含む DMAC 溶液 90 重量部とフェノール系酸化防止剤 10 重量部をホモミキサーにて 5,500~6,000rpm で 1 時間混合し、ポリウレタン [B] を作成した。このフェノール系酸化防止剤はチバガイギー社製 IRGANOX 1010 を使用した。

- 10 次にハイドロタルサイト化合物粒子分散液 [A] 60 重量部と、ポリウレタン溶液 [B] 40 重量部をホモミキサーにて 5,500~6,000rpm で 1 時間混合し、ポリウレタン溶液 [C] を調製した。

前記 DMAC 溶液 90 重量部に対してポリウレタン溶液 [C] 10 重量部を添加してホモミキサーにて 5,500~6,000rpm で 1 時間混合し、下記組

- 15 成のポリウレタン成形用原液とした。

ポリウレタン成形用原液の組成；

	ハイドロタルサイト化合物粒子	0.78 重量部
	フェノール系酸化防止剤	0.4 重量部
20	ポリウレタン	28.08 重量部
	DMAC	70.74 重量部

実施例 1 2

- 実施例 7 のハイドロタルサイト化合物粒子を用いる以外は実施例 1 1 と同様の
- 25 操作でポリウレタン成形用原液を作成した。

実施例 1 3

実施例 8 のハイドロタルサイト化合物粒子を用いる以外は実施例 1 1 と同様の

操作でポリウレタン成形用原液を作成した。

実施例 1 4

実施例 1 0 のハイドロタルサイト化合物粒子を用いる以外は実施例 1 1 と同様
5 の操作でポリウレタン成形用原液を作成した。

実施例 1 1 ~ 1 4 で得られた成形用原液は、いずれも着色・変色はなく、メッシュ・ろ過性においても問題なく、また 5 時間静置も成分の沈降・分離等の変化は認められず、良好な安定した状態を示した。

10

実施例 1 5

m-フェニレンジアミン (MPD) 1 0 8 g とイソフタル酸ジクロリド (IP
C) 2 0 3 g を 3 6 0 g の DMAC 溶液中で、低温溶液重合を行った。続いて、
2 5 重量%の水酸化カルシウム ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) DMAC 溶液を 2 9 6 g 加え
15 て中和したのち、実施例 4 のハイドロタルサイト化合物粒子 (脱結晶水品) の D
MAC 分散液 8 0 g を添加して混合し、ポリメタフェニレンイソフタルアミドの
成形用原液を得た。

得られた成形用原液は下記に示す組成となっている。

	ポリマー	2 2 . 7 重量部
20	ハイドロタルサイト化合物粒子	1 . 1 重量部
	DMAC	6 2 . 1 重量部

また、得られた成形用原液は着色・変色はなく、また 5 時間静置も成分の沈降・分離等の変化は認められず、良好な安定した状態を示した。

25 発明の効果

本発明によれば、有機極性溶剤に容易に分散可能なハイドロタルサイト化合物粒子が提供できる。同時に、各種ポリマー、色素等に安定剤として添加する際、まず有機極性溶剤に懸濁したのち混合する方式を採らざるを得ない場合に特に好

適で、とりわけ、湿式粉碎処理なしで容易に用いられ着色、変色、メッシュ詰まり等の外観上および工程上の問題を起こさない、低環境負荷型の、ポリウレタンもしくは芳香族ポリアミド成形品用耐塩素剤を提供することができる。

請求の範囲

1. (A) (1) レーザ光回折散乱法により測定した平均二次粒子径が $0.60 \sim 3 \mu\text{m}$ であり、
- 5 (2) BET法により測定した比表面積が $0.5 \sim 10 \text{m}^2/\text{g}$ であり、かつ
- (3) 結晶粒子形状が板状である
- ハイドロタルサイト化合物粒子 および
- (B) 有機極性溶媒
- よりなる分散液。
- 10
2. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子の含有量が $10 \sim 30$ 重量%である請求項1記載の分散液。
3. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子は、 $1.7 \sim 8$ の平均アスペクト比（長
- 15 径／厚さ）を有する請求項1記載の分散液。
4. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子は、その表面が表面処理剤により表面処理されている請求項1記載の分散液。
- 20 5. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子は、有機極性溶媒中で湿式粉碎処理をしないで調製された請求項1記載の分散液。
6. (A) (1) レーザ光回折散乱法により測定した平均二次粒子径が $0.60 \sim 3 \mu\text{m}$ であり、
- 25 (2) BET法により測定した比表面積が $0.5 \sim 10 \text{m}^2/\text{g}$ であり、かつ
- (3) 結晶粒子形状が板状である
- ハイドロタルサイト化合物粒子
- (B) 有機極性溶媒 および

(C) ポリウレタン

よりなる乾式もしくは湿式成形用原液。

7. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子の含有量が0.05～5重量%でありかつ
5 ポリウレタンの含有量が10～45重量%である請求項6記載の成形用原液。

8. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子は、1.7～8の平均アスペクト比（長径／厚さ）を有する請求項6記載の成形用原液。

10 9. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子は、その表面が表面処理剤により表面処理されている請求項6記載の成形用原液。

10. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子は、有機極性溶媒中で湿式粉碎処理をしないで調製された請求項6記載の成形用原液。

15

11. (A) (1) レーザ光回折散乱法により測定した平均二次粒子径が0.60～3 μm であり、

(2) BET法により測定した比表面積が0.5～10 m^2/g であり、かつ

(3) 結晶粒子形状が板状である

20 ハイドロタルサイト化合物粒子

を含有するポリウレタン繊維。

12. 前記ハイドロタルサイト化合物の含有量が0.1～10重量%である請求項11記載のポリウレタン繊維。

25

13. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子は、1.7～8の平均アスペクト比（長径／厚さ）を有する請求項11記載のポリウレタン繊維。

14. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子は、その表面が表面処理剤により表面処理されている請求項1記載のポリウレタン繊維。

15. 請求項6記載の成形用原液を乾式もしくは湿式成形して得られた請求項1記載のポリウレタン繊維。

16. (A) (1) レーザ光回折散乱法により測定した平均二次粒子径が0.60～3μmであり、

(2) BET法により測定した比表面積が0.5～10m²/gであり、かつ

10 (3) 結晶粒子形状が板状である

ハイドロタルサイト化合物粒子

(B) 有機極性溶媒 および

(C) 芳香族ポリアミド

よりなる乾式もしくは湿式成形用原液。

15

17. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子の含有量が0.05～5重量%でありかつ芳香族ポリアミドの含有量が5～40重量%である請求項16記載の成形用原液。

20 18. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子は、1.7～8の平均アスペクト比（長径／厚さ）を有する請求項16記載の成形用原液。

19. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子は、その表面が表面処理剤により表面処理されている請求項16記載の成形用原液。

25

20. (A) (1) レーザ光回折散乱法により測定した平均二次粒子径が0.60～3μmであり、

(2) BET法により測定した比表面積が0.5～10m²/gであり、かつ

(3) 結晶粒子形状が板状である

ハイドロタルサイト化合物粒子

を含有する芳香族ポリアミドフィルムまたは繊維。

- 5 21. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子の含有量が0.1～10重量%である請求項20記載の芳香族ポリアミドフィルムまたは繊維。

22. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子は、1.7～8の平均アスペクト比（長径／厚さ）を有する請求項20記載の芳香族ポリアミドフィルムまたは繊維。

10

23. 前記ハイドロタルサイト化合物粒子は、その表面が表面処理剤により表面処理されている請求項20記載の芳香族ポリアミドフィルムまたは繊維。

24. 請求項16記載の成形用原液を乾式もしくは湿式成形して得られた請求項15 20記載の芳香族ポリアミドフィルムまたは繊維。

25. (1) レーザ光回折散乱法により測定した平均二次粒子径が0.60～3 μm であり、

(2) BET法により測定した比表面積が0.5～10 m^2/g であり、かつ

- 20 (3) 結晶粒子形状が板状である、

ことを特徴とする有機極性溶媒分散用ハイドロタルサイト化合物粒子。

26. 平均アスペクト比（長径／厚さ）が1.7～8の範囲の板状の結晶粒子形状を有する請求項25のハイドロタルサイト化合物粒子。

25

27. 表面処理剤により表面処理された請求項25記載のハイドロタルサイト化合物粒子。

28. ケイ素化合物、ホウ素化合物およびアルミニウム化合物、よりなる群から選ばれた少なくとも1種により表面改質された請求項25記載のハイドロタルサイト化合物粒子。

- 5 29. 表面処理剤が、高級脂肪酸類、アニオン系界面活性剤、リン酸エステル類およびカップリング剤よりなる群から選ばれた少なくとも1種である請求項3または25記載のハイドロタルサイト化合物粒子。

30. レーザー光回折散乱法により測定した平均二次粒子径が $0.8 \sim 2 \mu\text{m}$ である請求項25記載のハイドロタルサイト化合物粒子。
- 10

31. レーザー光回折散乱法により測定した二次粒子径が $5 \mu\text{m}$ 以上である粒子が1%以下である請求項25記載のハイドロタルサイト化合物粒子。

- 15 32. 平均アスペクト比（長径／厚さ）が2～6の範囲の板状の結晶粒子形状を有する請求項25記載のハイドロタルサイト化合物粒子

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/06335

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁷ C01F7/00, C08J5/00, C08L75/04, C08K3/26, C08L77/00, D01F6/94,
D01F6/90

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C01F7/00, C08J5/00, C08L75/04, C08K3/26, C08L77/00, D01F6/94,
D01F6/90

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CAS ONLINE, WPI/L

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 2000-119510 A (Kabushiki Kaisha Kaisui Kagaku Kenkyusho), 25 April, 2000 (25.04.00), Claim 4; Par. Nos. [0021], [0025] (Family: none)	6-15 1-5, 16-32
X A	JP 2000-198979 A (Kyowa Chem. Ind. Co., Ltd.), 18 July, 2000 (18.07.00), Claims 1, 3, 6; Par. Nos. [0013] to [0016]; working examples 1, 5, 6 & EP 1046672 A1 & WO 00/26289 A1	6-15 1-5, 16-32
X	EP 989095 A1 (Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.), 29 March, 2000 (29.03.00), Par. No. [0023]; working examples 4, 7 & JP 2000-159520 A Par. No. [0031]; working examples 4, 7 & AU 9948835 A & NO 9904588 A & CN 1248590 A & KR 2000020705 A & US 6287532 B1	1, 25

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
10 October, 2001 (10.10.01)

Date of mailing of the international search report
23 October, 2001 (23.10.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/06335

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 952189 A1 (Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.), 27 October, 1999 (27.10.99), Claims; Par. No. [0049]; page 13, table 1 & US 6291570 A & WO 99/05219 A1 Claims; page 10, lines 6 to 20; page 22, table 1	20-24
X	EP 301509 A1 (Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.), 01 February, 1989 (01.02.89), Full text & JP 1-36654 A Full text & DE 3853599 G & KR 9513148 B1 & CA 1341233 C	20-24

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl' C 01 F 7 / 00、C 08 J 5 / 00、C 08 L 75 / 04、C 08 K 3 / 26、
C 08 L 77 / 00、D 01 F 6 / 94、D 01 F 6 / 90

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl' C 01 F 7 / 00、C 08 J 5 / 00、C 08 L 75 / 04、C 08 K 3 / 26、
C 08 L 77 / 00、D 01 F 6 / 94、D 01 F 6 / 90

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2001年
日本国登録実用新案公報 1994-2001年
日本国実用新案登録公報 1996-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CAS ONLINE, WPI/L

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X A	JP 2000-119510 A (株式会社海水化学研究所) 25. 4月. 2000 (25. 04. 00) 請求項4, 【0021】, 【0025】 (ファミリーなし)	6-15 1-5, 16-32
X A	JP 2000-198979 A (協和化学工業株式会社) 18. 7月. 2000 (18. 07. 00) 請求項1, 請求項3, 請求項6, 【0013】 - 【0016】 実施例1, 実施例5, 実施例6 & EP 1046672 A1 & WO 00/26289 A1	6-15 1-5, 16-32

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

10. 10. 01

国際調査報告の発送日

23. 10. 01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

安齋美佐子

4 G

9439

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	EP 989095 A1 (KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD) 29. 3月. 2000 (29. 03. 00) 【0023】 実施例4, 実施例7 & JP 2000-159520 A 【0031】 , 実施例4, 実施例7 & AU 9948835 A & NO 9904588 A & CN 1248590 A & KR 2000020705 A & US 6287532 B1	1, 25
X	EP 952189 A1 (KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD) 27. 10月. 1999 (27. 10. 99) 特許請求の範囲, 【0049】 , 第13頁表 1 & US 6291570 A & WO 99/05219 A1 特許請求の範囲, 第10頁第6行-第20行, 第22頁表1	20-24
X	EP 301509 A1 (KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD) 1. 2月. 1989 (01. 02. 89) 全文 & JP 1-36654 A 全文 & DE 3853599 G & KR 9513148 B1 & CA 1341233 C	20-24